

Cartographie par diffraction des rayons X à l'échelle du micromètre des contraintes intragranulaires et des orientations cristallines d'un film d'or déposé sur une micro-poutre en silicium

Philippe Goudeau¹, Sébastien Rigo², Talal Masri², Jacques-Alain Petit², Jean-Michel Desmarres³, Nobumichi Tamura⁴

¹ LMP-UMR 6630 CNRS, Université de Poitiers, SP2MI,

Bd Marie et Pierre Curie, BP30179, F-86962 Futuroscope Chasseneuil Cedex

² ENIT, avenue d'Azereix, BP 1669, F-65000 Tarbes

³ CNES, Agence Spatiale Française, 18 avenue Edouard Belin, F-31401, Toulouse cedex 4

⁴ Lawrence Berkeley National Laboratory, 1 Cyclotron Road, Berkeley 94720, USA

MICRO SCANNING X-RAY DIFFRACTION OF RESIDUAL STRESSES AND GRAIN ORIENTATION IN A GOLD THIN FILM DEPOSITED ON A POLY SILICON MICRO CANTILEVER

ABSTRACT: Residual stresses can occur in micro devices during process and operation, giving rise to damage and even to failure. These thermo-mechanical stresses are difficult to predict from empirical methods and thus experiments and numerical simulation have to be done together in order to improve our understanding of mechanical interaction at meso scales between materials present in these complex systems. In this paper, a new X-ray diffraction technique has been used for studying residual stresses and microstructure at a micron scale in a 0.56 μm thick gold thin film deposited on a polycrystalline silicon cantilever 20 μm large and 100 μm long. The obtained results allow validating macro mechanical measurements and simulations performed on the same systems.

KEY WORDS: Micro electronic, micro devices, thin films, stresses, microstructure, micro X-ray diffraction, synchrotron radiation.

RÉSUMÉ: Dans les micro-dispositifs, les contraintes résiduelles ont accru les risques d'endommagement en cours de fabrication et de défaillance en service. Ces contraintes d'origine thermo-mécanique ne sont plus maîtrisables par des moyens empiriques et il est donc nécessaire d'utiliser conjointement des techniques expérimentales et des méthodes numériques afin d'améliorer la connaissance des interactions mécaniques entre matériaux présents dans ces architectures de dimension micrométrique. L'objet de cet article est de présenter une des nombreuses applications de la micro-diffraction à l'étude des contraintes résiduelles et de la microstructure à l'échelle du micromètre dans des micro-dispositifs. Les résultats obtenus dans le cas d'un dépôt d'or de 0,56 μm sur une poutre de silicium polycristallin de 20 μm de large et de 100 μm de long permettent de valider des mesures et simulations macromécaniques réalisées sur les mêmes objets.

MOTS CLÉS: Micro électronique, micro dispositifs, couche minces, contraintes, microstructure, micro diffraction des rayons X, rayonnement synchrotron.

Conférence présentée au colloque 2003 du Groupement Français d'Analyse des Contraintes (GFAC 2003), tenu les 9 et 10 avril 2003 à l'ENSAM de Metz.

Les Microsystèmes connus sous le nom anglais de *Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)* font l'objet de nombreuses études depuis plus de cinq ans dans des domaines très variés, interdisciplinaires, faisant appel à la technologie des micro-dispositifs (technologie du silicium le plus souvent), la science des matériaux au niveau de la physique, de la chimie et bien sûr de la mécanique. Leurs

champs d'application sont très larges car ils intéressent des secteurs aussi variés que le médical ou le spatial !

La fiabilité de ces dispositifs conditionne leur utilisation. De part les procédés de fabrication mis en jeu – empilements de matériaux aussi différents que des métaux, des isolants (oxydes principalement) et des semi conducteurs, les ensembles réalisés sont le plus souvent le siège de contraintes résiduelles élevées qui peuvent entraîner un endommagement du dispositif dès l'élaboration ou en fonctionnement [1]. Par exemple, les températures de transition structurale dans les alliages à mémoire de forme conditionnent leur utilisation sous la forme de films minces dans les micro-actionneurs fonctionnant par effet Joule. Les valeurs de ces températures peuvent être très sensiblement modifiées sous l'effet des contraintes résiduelles, ce qui est préjudiciable au bon fonctionnement de ces micro-dispositifs [2, 3]. L'évaluation de ces contraintes est donc une étape essentielle dans la recherche de solutions visant à l'amélioration de la tenue mécanique et donc des performances de ces micro-dispositifs. C'est dans cet esprit qu'un réseau Micro Nano Technologie StressNet a été créé [4]. Il regroupe 14 partenaires, 11 laboratoires académiques (CNRS, Université) et 3 industriels (STMicroélectronique de Crolles, Soitec, LETI) autour d'une même problématique qui est le "Développement d'une méthodologie pour améliorer la maîtrise des contraintes mécaniques dans les micro- et nanotechnologies".

Dans le cadre de sa thèse préparée au CNES [5], Sébastien Rigo a mis en place des méthodes de micro-caractérisation mécanique des matériaux et structures utilisées dans les micro-systèmes [6-10] telles que la micro-flexion par nano-indentation, le micro-rayage... Il a de plus travaillé sur la mise en place d'un moyen de mesure des contraintes résiduelles dans les couches de structure suspendues [7, 8] telles que les poutres (cantilevers). Sa méthode s'appuie sur la mesure de rayons de courbure par microscopie confocale à champ étendu. Il a effectué des simulations pour vérifier le modèle analytique mais des mesures par un autre moyen expérimental déjà éprouvé et ayant une résolution spatiale de l'ordre du micromètre, étaient nécessaires.

Parmi les techniques offrant une bonne résolution spatiale et donc bien adaptées à l'étude des micro-dispositifs et plus particulièrement d'éléments métalliques, la diffraction des rayons X reste un outil de choix pour ce type d'étude où l'on recherche à effectuer des mesures à une échelle très locale dans un matériau complexe constitué d'un édifice de plusieurs couches cristallines et amorphes. Elle est non destructive et sélective en phase. Néanmoins, contrairement à sa concurrente directe pour des matériaux non métalliques, le micro Raman, la focalisation de faisceaux X intenses nécessite une source de rayons X de haute brillance et des optiques spécifiques ; ces deux conditions sont réunies sur les synchrotrons de 3^{ème} génération.

Nous avons réalisé les mesures sur la ligne 7.3.3 *micro Scanning X-Ray Diffraction* (μ -SXRD) du rayonnement synchrotron *Advanced Light Source* du *Lawrence Berkeley National Laboratory* – ALS/LBNL (USA). Une cartographie des contraintes résiduelles et des textures a été réalisée sur une couche d'or recouvrant une poutre en silicium polycristallin. Les expériences ont été effectuées en faisceau blanc avec une taille de sonde de l'ordre de $1 \mu\text{m}^2$ pour analyser les grains les plus gros ($> 0,1 \mu\text{m}$) et en faisceau monochromatique pour les grains plus petits. Les résultats obtenus au niveau des contraintes ont été comparés à ceux issus de mesures en microscopie confocale à champ étendu.

Dispositif expérimental

Les structures carrées font $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$ et peuvent servir de marqueurs ou de repères. Le micro-dispositif à analyser est situé tout au bout (7^{ème}) de la quatrième rangée horizontale (fig. 1). Les images de la figure 2 permettent de mieux apprécier les micro-poutres de $20 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$ sur lesquels nous avons effectué les mesures de micro-diffraction.

La diffraction des rayons X est une technique vieille de 100 ans qui est utilisée de nos jours de manière routinière en laboratoire et sur rayonnement synchrotron pour résoudre des structures de matériaux cristallins et étudier leurs propriétés structurales. Avec l'avènement des sources de synchrotrons de 3^{ème} génération de haute brillance et les progrès dans les optiques de focalisation des rayons X, des faisceaux de rayons X extrêmement petits et très intenses sont maintenant couramment produits dans les centres synchrotrons et utilisés pour analyser les matériaux avec une résolution non égale jusqu'à présent avec un large choix d'environnements *in-situ* [11]. La particularité de la ligne de lumière microdiffraction à l'ALS tient dans sa capacité à cartographier aussi bien les contraintes/déformations que les orientations avec une résolution spatiale submicronique, en utilisant une lumière blanche ou monochromatique ; cette flexibilité constitue son originalité. Le dispositif expérimental de micro-diffraction des rayons X 7.3.3 de l'ALS est capable de focaliser des rayons X issus d'un aimant de courbure à une

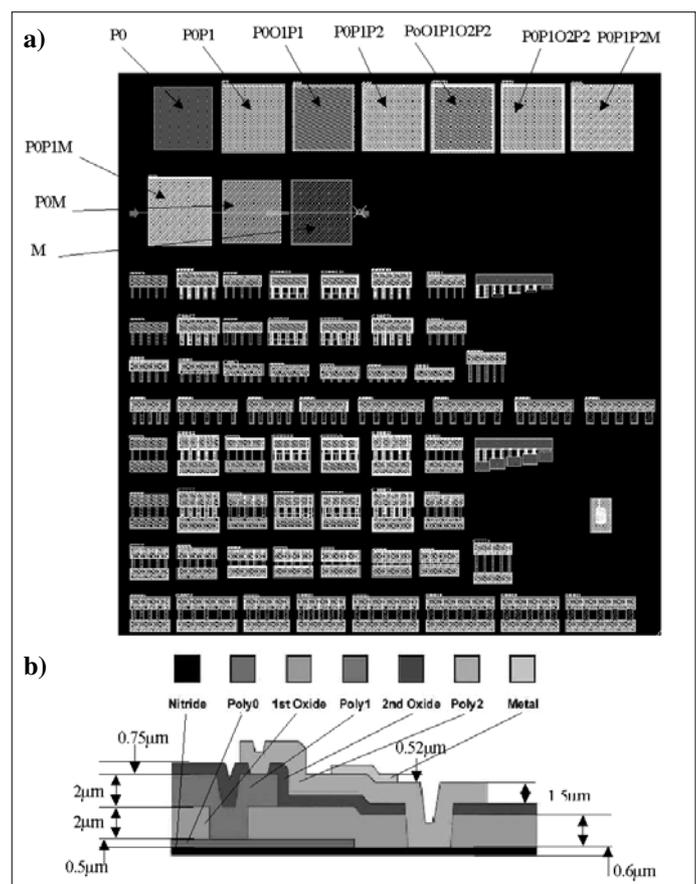


Fig. 1 - Vue générale de la puce (a) et coupe transverse correspondante (b). Les échantillons étudiés sont constitués d'un assemblage complexe de différentes couches. P0, P1, P3 : polysilicium 1^{er}, 2^{ème} et 3^{ème} niveau respectivement ; O1, O2, O3 : oxyde de silicium polysilicium 1^{er}, 2^{ème} et 3^{ème} niveau respectivement ; M : or.

Fig. 1 - General schematic view of the chip (a) and corresponding cross-section (b). P: polysilicium, O: oxide, M: gold.

taille de 0,7 μm en utilisant une paire de miroirs elliptiques Kirkpatrick-Baez. Pour les applications monochromatiques, un monochromateur 4 cristaux Si (111) peut être inséré dans le trajet du faisceau X (domaine en énergie: 5,5 – 14 KeV). Ce dispositif a la particularité de laisser le faisceau monochromatique sur le même chemin que le faisceau blanc, et par conséquent d'irradier l'échantillon sur le même spot. L'échantillon est sur une platine de déplacement XYZ équipée d'un système de chauffage et de refroidissement, et les données de diffraction X sont collectées grâce à un détecteur CCD de rayons X (Bruker Smart 6000, surface active de $9 \times 9 \text{ cm}^2$) [12].

Le choix dans l'utilisation de la lumière poly- ou monochromatique dépend de la taille moyenne des cristallites présents dans l'échantillon (voir fig. 3). Si la taille des grains est plus grande que celle du faisceau, ce qui est généralement le cas pour les métallisations dans les micro-puces, la lumière blanche sera préférentiellement utilisée. Les figures de diffraction sont alors des diagrammes de Laue de monocristaux qui peuvent être rapidement indexés même si plusieurs grains diffractent. Le positionnement du CCD par rapport à l'échantillon et au faisceau X incident est réalisé de manière précise en utilisant un échantillon de référence non contraint. A partir des déplacements relatifs des positions des taches de Laue du grain analysé, la distorsion de la maille élémentaire et donc la composante déviatorique du tenseur des déformations peut être déduite. La mesure de l'énergie d'une seule réflexion de Laue en utilisant le monochromateur permet aussi de mesurer la composante hydrostatique du tenseur des déformations (liée au changement de volume de la maille élémentaire). Le tenseur complet des déformations, qui est la somme de ces deux composantes, peut alors être obtenu. Le tenseur des contraintes est calculé en appliquant la loi de Hooke qui introduit le tenseur des constantes d'élasticité du matériau.

Un balayage de l'échantillon permet de réaliser des cartographies à haute résolution aussi bien des contraintes/déformations que des orientations des grains [13-15]. La précision d'une telle technique dépend de plusieurs facteurs parmi lesquels le type d'échantillon. Pour un film mince d'aluminium, une précision de 0,02 % sur les déformations et $0,01^\circ$ sur les orientations est actuellement obtenue, ce qui permet d'imager des variations de contraintes dans les sous-structures de grain pendant la déformation plastique alors que l'analyse de la forme et la largeur des taches de Laue permet d'estimer la distribution spatiale et la densité des dislocations.

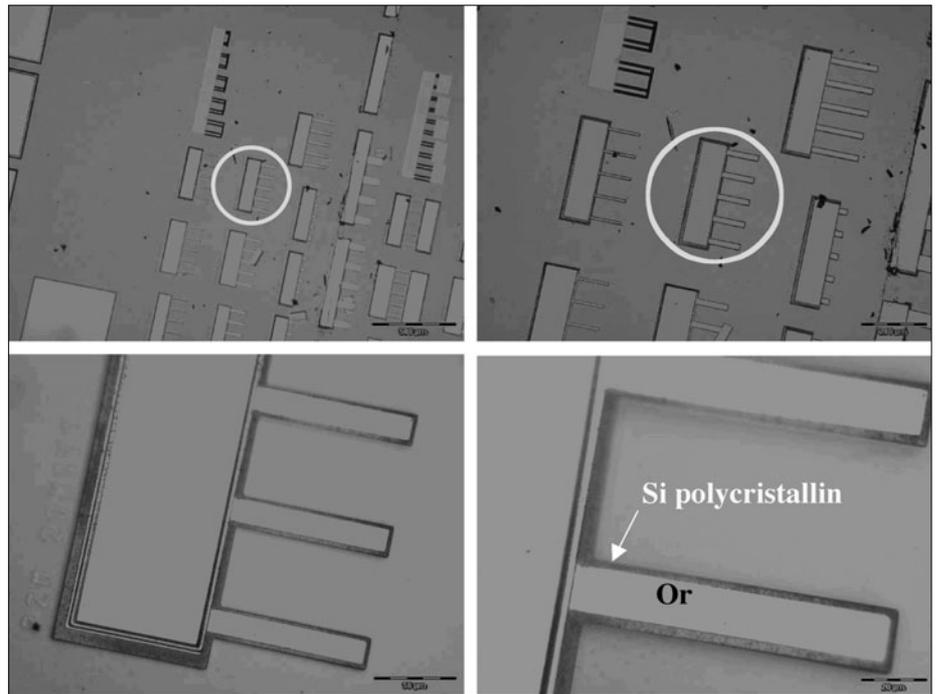


Fig. 2 - Images obtenues par microscopie optique du micro dispositif étudié : structure en peigne.

Fig. 2 - Images obtained from optical microscopy of the micro device : array structure.

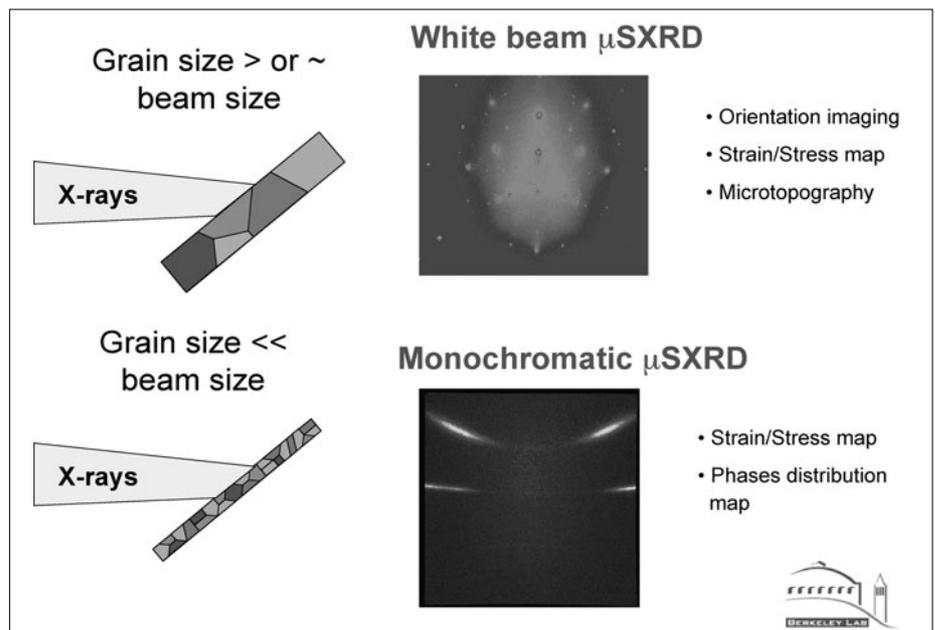


Fig. 3 - Schéma montrant les deux types de diagrammes de diffraction que l'on peut enregistrer selon la taille des grains de l'échantillon.

Fig. 3 - Scheme showing the two different kinds of X-ray diffraction pattern that may be obtained depending on the grain size in the sample.

Si la taille des grains est bien plus petite que la taille du faisceau X (échantillon nano-cristallisés), le faisceau monochromatique doit être utilisé. Les figures de diffraction font apparaître des anneaux Debye-Scherrer qui peuvent eux aussi être indexés. En utilisant une approche du type $\sin^2\psi$, l'analyse du déplacement relatif de la forme de l'anneau permet de calculer le tenseur biaxial des contraintes de la zone illuminée [16]. Un balayage de l'échantillon permet d'obtenir une cartographie haute résolution des contraintes et de la distribution des phases cristallines présentes dans l'échantillon étudié. La variation en intensité des anneaux de Debye-Scherrer donne des informa-

tions sur la texture de l'échantillon. Un logiciel dénommé X-MAS (X-ray Microdiffraction Analysis Software) a été tout spécialement développé à l'Advanced Light Source pour enregistrer et analyser les données de diffraction.

Résultats et discussion

Le dispositif en peigne, entouré d'un cercle sur la figure 2, a été repéré par fluorescence X (or). Cette opération permet ainsi de positionner très précisément le faisceau X sur l'objet à analyser [17]. Les mesures de diffraction ont été principalement réalisées en faisceau polychromatique de $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ sur la poutre centrale mais des tests ont aussi été effectués en faisceau

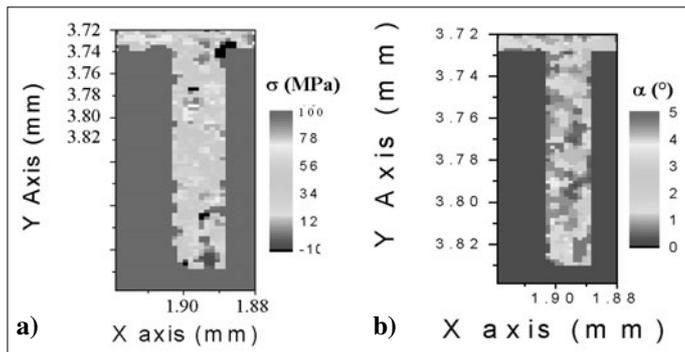


Fig. 4 - Cartographies des contraintes (a) et des orientations $\alpha <111>$ des grains (b) du revêtement d'or sur la poutre, mesurées par diffraction des rayons X.

Fig. 4 - Map of in plane residual stresses (a) and $<111>$ grain orientations α (b) of the gold coated cantilever measured by micro scanning X-ray diffraction.

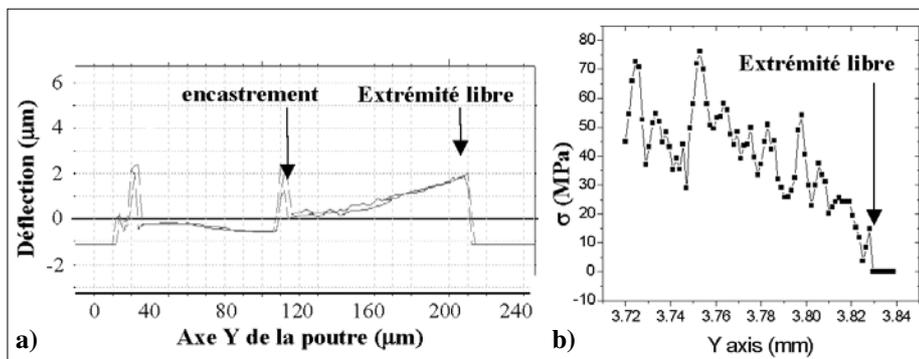


Fig. 5 - Comparaison des profils obtenus le long de la poutre par microscopie confocale (a) et micro diffraction X (b)

Fig. 5 - Comparison between the cantilever deflection and stress profiles along the cantilever measured using interferometric optical microscopy (a) and micro X-ray diffraction (b).

monochromatique (6 KeV) de $5 \times 3 \mu\text{m}^2$. Les résultats présentés ici concernent uniquement les mesures réalisées avec un faisceau blanc et donc des grains de taille submicrométriques ($> 0,1 \mu\text{m}$). Ces grains présentent une texture de fibre $<111>$. L'utilisation de photons monochromatiques nous a permis de révéler l'existence de grains de très petites tailles soit nanométriques (anneaux de Debye-Scherrer) et non texturés. La figure 4 montre l'évolution des contraintes résiduelles dans le plan de surface à l'échelle du micromètre et la variation de l'orientation cristalline $<111>$ grain à grain. Les effets (contraintes, déviation angulaire) sont d'autant plus prononcés que l'on se rapproche de l'extrémité libre de la poutre (contrainte relâchée, poutre fléchie).

La contrainte moyenne dans le plan du film d'or est déduite de la déflexion mesurée sur la poutre par microscopie confocale à champ étendu. La valeur obtenue en appliquant la formule classique de Stoney [18] est de l'ordre de +50 MPa ce qui correspond bien à la valeur mesurée par micro-diffraction X au niveau de l'encastrement de la poutre, figure 5 (b). Ce résultat a été confirmé par une simulation numérique de type éléments finis (code ANSYS) prenant en compte les caractéristiques élasto-plastiques des deux constituants de la poutre [5, 19]. Il est bon de rappeler que la valeur donnée par la diffraction est relative aux domaines cristallisés uniquement alors que la valeur dite macroscopique intègre à la fois les grains et les joints de grains.

Cette figure 5 permet aussi de comparer le profil mesuré par microscopie confocale le long de la poutre à celui mesuré par diffraction X en intégrant les contraintes en X, figure 4 (a). On note dans les deux cas une variation relaxation progressive des contraintes et ainsi un bon accord entre ces profils alors que les échelles de mesure considérées sont très différentes: échelle de la poutre pour la microscopie et du grain pour la micro-diffraction X.

On notera enfin que nous avons pu extraire le signal de diffraction du silicium polycristallin dans la configuration utilisant le faisceau monochromatique. Une analyse fine des diagrammes 2D de diffraction (superposition avec le signal de l'or) doit nous permettre aussi d'évaluer les déformations dans cette partie de la poutre. Cette sélectivité de la diffraction démontre bien tout l'intérêt de cette technique dans l'étude de structures complexes.

Remarques de conclusion

La technique de diffraction utilisant des micro-faisceaux de rayons X nous a permis de déterminer la contrainte moyenne dans une couche d'or déposée sur une micro-poutre de silicium polycristallin. Cette contrainte résiduelle est très certainement d'origine thermique. En effet, ces couches sont déposées en température par évaporation au canon à électrons et, compte tenu du différentiel de dilatation thermique entre les deux éléments, une tension doit naître au refroidissement.

La valeur obtenue par diffraction est en bon accord avec celle déterminée par simulation numérique et permet donc de valider les modèles développés par ailleurs.

Il faut noter qu'au-delà de la simple mesure des contraintes, la μ -SXRD permet:

- d'analyser sélectivement chacune des phases d'une structure complexe (Au, Si polycristallin) et pour chacune des phases, différentes populations de grains selon la taille,

- de mettre en évidence la présence ou non d'hétérogénéités dans le plan de surface de l'échantillon (déformations, orientations).

Néanmoins, cette technique, très puissante, est relativement lourde à mettre en œuvre. Dans notre cas, elle est très certainement surdimensionnée, étant donné l'utilisation restreinte que l'on a fait des données mesurées. En effet, ces informations

pourraient être mieux exploitées dans un calcul prenant en compte de manière plus physique les hétérogénéités de déformations grain à grain comparées au calcul simple d'une moyenne arithmétique effectué ici. Ainsi, un modèle basé sur ces mesures locales et tenant compte des deux populations de grains permettrait de mieux préciser le comportement élastique de la poutre. □

RÉFÉRENCES

- [1] R.P. VINCI and S.P. BAKER – Guest Editors, Mechanical properties in small dimensions, *Materials Research Society Bulletin* **17** (1) (2002) p. 12-53.
- [2] A. ISHIDA and V. MARTYNOV, S“putter-Deposited Shape-Memory Alloy Thin Films: Properties and Applications”, *Materials Research Society Bulletin* **27** (2) (2002) 111-114.
- [3] N. RODRIGUEZ, *Elaboration et caractérisation de films minces d'alliage à mémoire de forme NiTi et NiTi(Cu) pour microactionneurs en technologie silicium*, Doctorat de l'Université de Paris XI, Orsay, France, Décembre (2002).
- [4] Site web du ministère: www.rmmt.org.
- [5] S. RIGO, *Microcaractérisation des matériaux et structures issus des technologies microsystèmes*, Doctorat de l'INP de Toulouse, France, Septembre (2003).
- [6] S. RIGO, J-M DESMARRES, T. MASRI, J-A. PETIT, “Mechanical Characterization of Materials used in MEMS”, *Proceeding ISTFA* (2001) 349-356.
- [7] S. RIGO, J-M DESMARRES, J-A. PETIT, T. MASRI, “Mesure des contraintes résiduelles dans les structures suspendues utilisées dans les MEMS”, *Actes du colloque GFAC* (2002) p.148-153.
- [8] S. RIGO, J-M DESMARRES, J-A. PETIT, T. MASRI, “Measurement of the residual stresses of the handing structures used in MEMS”, *Conference DTIP 2002*.
- [9] S. RIGO, J-M DESMARRES, J-A. PETIT, T. MASRI, “New method of microflexion by nanoindentation”, *Conference CANEUS 2002*.
- [10] S. RIGO, “Microflexion de micro-poutres au nanoindenteur”, *Conference ANADEF 2002*.
- [11] C. RIEKEL, New avenues in X-ray microbeam experiments, *Rep. Prog. Phys.* **63** (2000) p. 233-262.
- [12] A.A. MACDOWELL, R.S. CELESTRE, N. TAMURA, R. SPOLENAK, B.C. VALEK, W.L. BROWN, J.C. BRAVMAN, H.A. PADMORE, B.W. BATTERMAN and J.R. PATEL, “Submicron X-ray diffraction”, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **467-468** (2001) 936-943.
- [13] N. TAMURA, R.S. CELESTRE, A.A. MACDOWELL, H.A. PADMORE, R. SPOLENAK, B.C. VALEK, N. MEIER CHANG, A. MANCEAU and J.R. PATEL, “Submicron X-ray diffraction and its applications to problems in materials and environmental science”, *Rev. of Scientific Instrum.* **73** (2002) p. 1369-1372.
- [14] N. TAMURA, A.A. MACDOWELL, R.S. CELESTRE, H.A. PADMORE, B.C. VALEK, J.C. BRAVMAN, R. SPOLENAK, W.L. BROWN, T. MARIEB, H. FUJIMOTO, B.W. BATTERMAN and J.R. PATEL, “High spatial resolution grain orientation and strain mapping in thin films using polychromatic submicron X-ray diffraction”, *Appl. Phys. Lett.* **80** (2002) p. 3724-3726.
- [15] N. TAMURA, A.A. MACDOWELL, R. SPOLENAK, B.C. VALEK, J.C. BRAVMAN, W.L. BROWN, R.S. CELESTRE, H.A. PADMORE, B.W. BATTERMAN and J.R. PATEL, “Scanning X-ray microdiffraction with sub micrometer white beam for strain/stress and orientation mapping in thin films”, *J. Synchrotron Rad.* **10** (2003) p. 137-143.
- [16] Ph. GOUDEAU, P. VILLAIN, N. TAMURA, H.A. PADMORE, “Mesoscale X-ray diffraction measurement of stress relaxation associated with buckling in compressed thin films”, *Appl. Phys. Lett.* **83** (2003) p. 51-53.
- [17] P. GOUDEAU, S. RIGO, T. MASRI, J.A. PETIT, J.-M. DESMARRES, N. TAMURA, “Methodology development for the improvement of mechanical stress control in micro and nano-technologies”, *ALS Compendium 2002* (<http://www-als.lbl.gov/als/compendium/>)
- [18] G. G. STONEY, “The tension of Metallic films deposited by electrolysis”, *Proc. Of the Royal Society of London*, **A82** (1909) p. 172-175.
- [19] S. RIGO, P. GOUDEAU, J.-M. DESMARRES, T. MASRI, J.-A. PETIT, P. SCHMITT, “Correlation between X-ray micro-diffraction and a developed analytical model to measure the residual stresses in suspended structures in MEMS”, *Microelectronics Reliability* **43** (2003) p. 1963-1968.